

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-17280

(P2000-17280A)

(43) 公開日 平成12年1月18日 (2000.1.18)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テマコード\* (参考)

C 1 0 M 105/04

C 1 0 M 105/04

4 H 1 0 4

# C 1 0 N 20:00

20:02

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 13 頁) 最終頁に続く

|           |                      |          |  |
|-----------|----------------------|----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願平10-186399         | (71) 出願人 | 000183646<br>出光興産株式会社<br>東京都千代田区丸の内3丁目1番1号 |
| (22) 出願日  | 平成10年7月1日 (1998.7.1) | (72) 発明者 | 吉田 孝生<br>千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地                   |
|           |                      | (72) 発明者 | 坪内 俊之<br>千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地                   |
|           |                      | (72) 発明者 | 井戸 元久<br>千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地                   |
|           |                      | (72) 発明者 | 畑 一志<br>千葉県市原市知崎海岸24番地4                    |
|           |                      | (74) 代理人 | 100091765<br>弁理士 京平 正道                     |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 トラクションドライブ用流体

(57) 【要約】

【課題】 高温でのトラクション係数が高く、かつ低温粘度特性に優れたトラクションドライブ用流体を提供する。

【解決手段】 下記の物性を有する合成油を基油として使用するトラクションドライブ用流体である。

①分子重：210以上

②40℃における動粘度：10～25 mm<sup>2</sup>/s

③粘度指数：60以上

④流動点：-40℃以下

⑤20℃における密度：0.93 g/cm<sup>3</sup>以上

⑥140℃におけるトラクション係数：2.4-ジシクロ

ロヘキシル-2-メチルペンタンの値の90%以上

(2)

特開2000-17280

1

2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の物性を有する合成油を基油として使用することを特徴とするトラクションドライブ用流体。

①分子量：210以上

②40℃における動粘度：10～25 mm<sup>2</sup>/s

③粘度指数：60以上

④流動点：-40℃以下

⑤20℃における密度：0.93 g/cm<sup>3</sup>以上

⑥140℃におけるトラクション係数：2.4-ジシク※10



（式中、R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>はそれぞれ水素原子あるいは炭素数1～3のアルキル基を示し、R<sup>3</sup>は側鎖にメチル基、エチル基が置換してもよいメチレン基、エチレン基又はトリメチレン基を示し、nは0又は1を示し、p及びqはそれぞれ1～3の整数を示す。）で表される化合物である請求項1又は2に記載のトラクションドライブ用流体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、トラクションドライブ用流体に関し、より詳しくは、特に高温でのトラクション係数が高く、かつ低温粘度特性に優れたトラクションドライブ用流体に関する。

【0002】

【従来の技術】自動車用トラクション式CVT（無段変速機）は、トルク伝達容量が大きく、また使用条件も過酷なため、使用するトラクションオイルのトラクション係数は、使用温度範囲での最低値すなわち高温（140℃）でのトラクション係数がCVTの設計値よりも十分に高いことが必須である。

【0003】また一方では、寒冷地での低温始動性のために、-40℃でも低い粘度（15万mPa・s以下）の低温粘度特性が要求されている。さらに、高温でも使用するので、高温における基油の揮発防止性と、十分な油膜保持性が要求される。上記の性能のうち、特に高温でのトラクション係数と低温粘度とは相反する性能で、両方を満足するトラクションオイルの開発が望まれてはいたものの、その開発は非常に困難を窮めた。このような背景のもと、本発明者らは鋭意研究を実施し、高温トラクション係数に優れた化合物群を見出したが（特公※

※ロヘキシル-2-メチルペンタンの値の90%以上

【請求項2】 合成油が、ビシクロ〔2.2.1〕ヘプタン環化合物、ビシクロ〔3.2.1〕オクタン環化合物、ビシクロ〔3.3.0〕オクタン環化合物、ビシクロ〔2.2.2〕オクタン環化合物から選ばれる少なくとも一種の脂環化合物の二量体の水素化物である請求項1記載のトラクションドライブ用流体。

【請求項3】 合成油が、下記一般式（1）

【化1】

※平7-103387号公報）、低温粘度特性に関して未だ不十分であった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記観点からなされたもので、高温でのトラクション係数が高く、かつ低温粘度特性に優れたトラクションドライブ用流体を提供することを目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは更に鋭意研究を続けた結果、合成油の中から上記発明の目的を効果的に達成しうる化合物を見出し、本発明を完成したものである。すなわち、本発明の要旨は下記の通りである。

（1）下記の物性を有する合成油を基油として使用することを特徴とするトラクションドライブ用流体。

①分子量：210以上

②40℃における動粘度：10～25 mm<sup>2</sup>/s

③粘度指数：60以上

④流動点：-40℃以下

⑤20℃における密度：0.93 g/cm<sup>3</sup>以上

⑥140℃におけるトラクション係数：2.4-ジシク※10ロヘキシル-2-メチルペンタンの値の90%以上

【0006】（2）合成油が、ビシクロ〔2.2.1〕ヘプタン環化合物、ビシクロ〔3.2.1〕オクタン環化合物、ビシクロ〔3.3.0〕オクタン環化合物、ビシクロ〔2.2.2〕オクタン環化合物から選ばれる少なくとも一種の脂環化合物の二量体の水素化物である

（1）記載のトラクションドライブ用流体。

（3）合成油が、下記一般式（1）

【0007】

【化2】



【0008】（式中、R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>はそれぞれ水素原子あるいは炭素数1～3のアルキル基を示し、R<sup>3</sup>は側鎖にメチル基、エチル基が置換してもよいメチレン基、エチレン基又はトリメチレン基を示し、nは0又は1を示

し、p及びqはそれぞれ1～3の整数を示す。）で表される化合物である（1）又は（2）に記載のトラクションドライブ用流体。

【0009】

(3)

特開2000-17280

3

4

【発明の実施の形態】以下に、本発明を詳細に説明する。まず、本発明のトラクションドライブ用流体に基油として使用する合成油は上記の①～⑥の物性を有することが肝要である。それぞれ物性について述べると、

①分子重：210以上

好ましくは215～290である。分子重が210未満であると、高温で使用する際揮発し、また引火の恐れもあるので好ましくない。

②40℃における動粘度：10～25 mm<sup>2</sup>/s

好ましくは12～24 mm<sup>2</sup>/sである。10 mm<sup>2</sup>/s未満であると、高温で粘度が低くなり過ぎて十分な潤滑油膜厚が得られなくなり好ましくない。一方、25 mm<sup>2</sup>/sを超えると、-40℃における低温粘度が15万mPa・sを超える場合があり好ましくない。

③粘度指数：60以上

好ましくは65以上である。60未満であると、-40℃における低温粘度が15万mPa・sを超える場合があり好ましくない。

④①①①④流動点：-40℃以下

好ましくは-45℃以下である。-40℃より高いと、寒冷地での使用が困難になり好ましくない。



【①①①③】(式中、R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>はそれぞれ水素原子あるいは炭素数1～3のアルキル基を示し、R<sup>2</sup>は側鎖にメチル基、エチル基が置換してもよいメチレン基、エチレン基又はトリメチレン基を示し、nは0又は1を示し、p及びqはそれぞれ1～3の整数を示す。)で表される化合物である。

【①①①④】上記脂環化合物の二量体の水素化物の好ましい製造方法としては、例えば、アルキル基が置換してもよい下記オレフィンを二量化、水素化、蒸留の順に処理を行えばよい。上記の原料のメチル基、エチル基あるいはプロピル基等のアルキル基が置換してもよいオレフィンとしては、例えば、ビシクロ〔2.2.1〕ヘプト-2-エン；ビニル置換あるいはイソプロベニル置換ビシクロ〔2.2.1〕ヘプト-2-エン等のアルケニル置換ビシクロ〔2.2.1〕ヘプト-2-エン；メチレン置換、エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ〔2.2.1〕ヘプト-2-エン等のアルキリデン置換ビシクロ〔2.2.1〕ヘプト-2-エン；ビニル置換あるいはイソプロベニル置換ビシクロ〔2.2.1〕ヘブタン等のアルケニル置換ビシクロ〔2.2.1〕ヘブタン；メチレン置換、エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ〔2.2.1〕ヘブタン等のアルキリデン置換ビシクロ〔2.2.1〕ヘブタン；ビシクロ〔3.2.1〕オクテン；ビニル置換あるいはイソプロベニル置換ビシクロ〔3.2.1〕オクテン等のアルケニル置換ビシクロ〔3.2.1〕オク

\* ⑤20℃における密度：0.93 g/cm<sup>3</sup>以上

好ましくは0.93～1.50 g/cm<sup>3</sup>である。

⑥0.93 g/cm<sup>3</sup>未満であると、140℃におけるトラクション係数が低く好ましくない。

⑦140℃におけるトラクション係数：2.4-ジシクロロヘキシル-2-メチルペンタンの値の90%以上

好ましくは2.4-ジシクロロヘキシル-2-メチルペンタンの値以上である。2.4-ジシクロロヘキシル-2-メチルペンタンの値の90%未満であると、140℃でのトルク伝達容量が十分でなく好ましくない。

【①①①①】上記の合成油は、①～⑥の物性を満足すれば、特に限定されないが、ビシクロ〔2.2.1〕ヘブタン環化合物、ビシクロ〔3.2.1〕オクタン環化合物、ビシクロ〔3.3.0〕オクタン環化合物、ビシクロ〔2.2.2〕オクタン環化合物から選ばれる少なくとも一種の脂環化合物の二量体の水素化物から好ましく、選択することができる。なかでも、ビシクロ〔2.2.1〕ヘブタン環化合物の二量体の水素化物が更に好ましく、すなわち下記一般式(1)

【①①①②】

【化3】

ン；メチレン置換、エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ〔3.2.1〕オクテン等のアルキリデン置換ビシクロ〔3.2.1〕オクテン；ビニル置換あるいはイソプロベニル置換ビシクロ〔3.2.1〕オクテン等のアルケニル置換ビシクロ〔3.2.1〕オクタン；メチレン置換、エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ〔3.2.1〕オクタン等のアルキリデン置換ビシクロ〔3.2.1〕オクタン；ビニル置換あるいはイソプロベニル置換ビシクロ〔3.2.1〕オクタン；メチレン置換、エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ〔3.3.0〕オクテン；ビニル置換あるいはイソプロベニル置換ビシクロ〔3.3.0〕オクテン等のアルケニル置換ビシクロ〔3.3.0〕オクテン；メチレン置換、エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ〔3.3.0〕オクテン等のアルキリデン置換ビシクロ〔3.3.0〕オクテン；ビニル置換あるいはイソプロベニル置換ビシクロ〔3.3.0〕オクタン等のアルケニル置換ビシクロ〔3.3.0〕オクタン；メチレン置換、エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ〔3.3.0〕オクタン等のアルキリデン置換ビシクロ〔3.3.0〕オクタン；ビニル置換あるいはイソプロベニル置換ビシクロ〔3.3.0〕オクタン等のアルケニル置換ビシクロ〔3.3.0〕オクタン；メチレン置換、エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ〔2.2.2〕オクテン等のアルケニル置換ビシクロ〔2.2.2〕オクテン；メチレン置換、エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ〔2.2.2〕オクテン等のアルキリデン置換ビシクロ〔2.2.2〕オクテン；ビニル置換あるいはイソプロベニル置換ビシクロ〔2.2.2〕オクタン等のアルケ

(4)

特開2000-17280

5

ニル置換ビシクロ〔2. 2. 2〕オクタン；メチレン置換、エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ〔2. 2. 2〕オクタン等のアルキリデン置換ビシクロ〔2. 2. 2〕オクタンなどを挙げることができる。

【0015】なかでも、前記の一般式(1)で表されるビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン環化合物の二量体の水素化物が好ましいので、対応する原料オレフィンとして、具体的には、例えば、ビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプト-2-エン；2-メチレンビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2-メチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプト-2-エン；2-メチレン-3-メチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2, 3-ジメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプト-2-エン；2-メチレン-7-メチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2, 7-ジメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプト-2-エン；2-メチレン-5-メチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2, 5-ジメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプト-2-エン；2-メチレン-6-メチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2, 6-ジメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプト-2-エン；2-メチレン-1-メチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；1, 2-ジメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプト-2-エン；2-メチレン-4-メチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2, 4-ジメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプト-2-エン；2-メチレン-3, 7-ジメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2, 3, 7-トリメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプト-2-エン；2-メチレン-3, 6-ジメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2-メチレン-3, 3-ジメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2, 3, 6-トリメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプト-2-エン；2-メチレン-3-エチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2-メチル-3-エチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプト-2-エンなどを挙げることができる。

【0016】なお、前記の二量化とは、同種のオレフィンの二量化のみならず、異種の複数のオレフィンの共二量化をも意味する。上述のオレフィンの二量化は、通常触媒の存在下で必要に応じて溶媒を添加して行う。この二量化に用いる触媒としては、通常、酸性触媒が使用される。具体的には、フッ化水素酸、ポリリン酸等の鉱酸類、トリフリック酸等の有機酸、塩化アルミニウム、塩化第二鉄、塩化第二スズ、三フッ化ホウ素、三フッ化ホウ素錯体、三臭化ホウ素、臭化アルミニウム、塩化ガリウム、臭化ガリウム等のルイス酸、トリエチルアルミニウム、塩化ジエチルアルミニウム、二塩化エチルアルミニウム等の有機アルミニウム化合物などを挙げることができるが、なかでも三フッ化ホウ素ジエチルエーテル錯体、三フッ化ホウ素1, 5水錯体、三フッ化ホウ素アルコール錯体などの三フッ化ホウ素錯体が好ましい。

【0017】これらの触媒の使用量は、特に制限されな

6

いが、通常は原料オレフィンに対して、1～100重量%、好ましくは1～20重量%の範囲である。この二量化にあたっては、溶媒は必ずしも必要としないが、反応時の原料オレフィンや触媒の取り扱い上あるいは反応の進行を調節する上で用いることもできる。このような溶媒としては、各種ペンタン、各種ヘキサン、各種オクタン、各種ノナン、各種デカン等の飽和炭化水素、シクロペンタン、シクロヘキサン、メチルシクロザン、デカリン等の脂環式炭化水素、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル化合物、塩化メチレン、ジクロルエタン等のハロゲン含有化合物、ニトロメタン、ニトロベンゼン等のニトロ化合物などを挙げることができる。

【0018】これら触媒等の存在下で二量化反応を行うが、その反応温度としては、一般に-70～100℃、好ましくは-30～60℃の範囲である。その温度範囲で触媒の種類や添加剤等により適当な条件が設定されるが、反応圧力は通常常圧であり、反応時間については、通常0.5～10時間である。

【0019】次に、このようにして得られた原料オレフィンの二量体を水素化し、目的とする二量体の水素化物とする。なお、水素化は別々に別の原料オレフィンを使用して二量化した二量体を適度に混合したものについて行ってもよい。この水素化反応も、通常は触媒の存在下で行うが、その触媒としては、ニッケル、ルテニウム、パラジウム、白金、ロジウム、イリジウム等の水添用触媒を挙げることができる。一般に、上記金属は通常、ケイソウ土、アルミナ、活性炭、シリカアルミナ等の担体に担持されたものが使用される。また、必要により水素化反応の助触媒としてゼオライト等の固体酸を使用してもよい。上記の触媒のなかで、生成した水素化物の物性の点からして、ニッケル/ケイソウ土が特に好ましい。この触媒の使用量は、上記二量体生成物に対して、1～100重量%、好ましくは1～20重量%の範囲である。

【0020】また、この水素化反応は、前記二量化反応と同様に、無溶媒下でも進行するが、溶媒を用いることもでき、その場合、溶媒としては、各種ペンタン、各種ヘキサン、各種オクタン、各種ノナン、各種デカン等の飽和炭化水素やシクロペンタン、シクロヘキサン、メチルシクロザン、デカリン等の脂環式炭化水素などを挙げることができる。

【0021】反応温度としては、通常100～300℃、好ましくは200～300℃であり、反応圧力については、常圧から200kg/cm<sup>2</sup>G、好ましくは常圧から100kg/cm<sup>2</sup>Gの範囲で行うことができる。水素圧でいうと、5～90kg/cm<sup>2</sup>G、好ましくは10～80kg/cm<sup>2</sup>Gである。反応時間は、通常1～10時間である。なお、生成した水素化物は、別の工程で別の原料オレフィンから生成した水素化物と便

(5)

特開2000-17280

7

8

合して、トラクショントライブ用流体の基油に供してもよい。

【0022】さらに具体的には、前記の一般式(1)のビスクロ〔2.2.1〕ヘプタン環化合物の二量体の水素化物の中から、前記の①～⑤を満足する合成油として、後から実施例で詳述するように、原料オレフィンとして2-メチレン-3-メチルビスクロ〔2.2.1〕ヘプタンと2,3-ジメチルビスクロ〔2.2.1〕ヘプト-2-エンの混合物を用い、二量体の触媒として三

\* 2.1)ヘプタン(A成分)、endo-2-メチル-exo-3-メチル-exo-2-〔(exo-3-メチルビスクロ〔2.2.1〕ヘプト-exo-2-イル)メチル〕ビスクロ〔2.2.1〕ヘプタン(B成分)及びendo-2-メチル-exo-3-メチル-exo-2-〔(endo-3-メチルビスクロ〔2.2.1〕ヘプト-endo-2-イル)メチル〕ビスクロ〔2.2.1〕ヘプタン(C成分)並びにこれらの混合物を挙げることができる。A、B、C成分の構造式を下記の式(II)、(III)、(IV)に示す。

【0023】

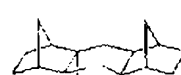
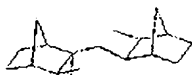
【化4】



... (II)

【0024】

※ ※ 【化5】



... (III)

【0025】

★ ★ 【化6】



... (IV)

【0026】前記の①～⑤の物性を満足する合成油をトラクショントライブ用流体の基油として使用するが、①～⑤の物性の範囲から逸脱しないように、該合成油に他の液状物を混合して使用してもよい。例えば、高温トラクシ

ョン係数を損なわない程度にポリα-オレフィン油(PAO)、ジエステル等の低粘度基油を混合したり、低温粘度を損なわない程度に脂環化合物系のトラクシ

ョン係数改良基材を混合することができる。なお、その混合する液状物の量は15重量%以下である。

【0027】また、上記の合成油を主成分とする基油に、必要により酸化防止剤、防錆剤、清浄分散剤、流動点降下剤、粘度指数向上剤、極圧剤、耐摩耗剤、油性剤、消泡剤、腐食防止剤などの各種添加剤を適量配合することができる。

【0028】  
【実施例】次に、本発明を実施例により具体的に説明するが、これらの実施例になんら制限されるものではない。

【実施例1】  
(原料オレフィンの調製)2リットルのステンレス製オートクレーブに、クロトンアルデヒド561g(8モ

ル)及びジシクロペンタジエン352g(2.67モル)を仕込み、170℃で3時間攪拌して反応させた。反応溶液を室温まで冷却した後、ラネーニッケル触媒(川崎ファインケミカル(株)製、M-3(GT)18gを加え、水素圧9kg/cm<sup>2</sup>G、反応温度150℃で4時間水素化を行った。冷却後、触媒を濾別した後、濾液を減圧蒸留し、105℃/20mmHg留分565gを得た。この留分をマススペクトル、核磁気共鳴スペクトルで分析した結果、この留分は2-ヒドロキシメチル-3-メチルビスクロ〔2.2.1〕ヘプタンであることが確認された。次いで、外径20mm、長さ500mmの石英ガラス製流通式常圧反応管に、γ-アルミナ(日揮化学(株)製、N612N)20gを入れ、反応温度285℃、重量空間速度(WHSV)1.1hr<sup>-1</sup>で脱水反応を行い、2-メチレン-3-メチルビスクロ〔2.2.1〕ヘプタン55重量%及び2,3-ジメチルビスクロ〔2.2.1〕ヘプト-2-エン30重量%を含有する2-ヒドロキシメチル-3-メチルビスクロ〔2.2.1〕ヘプタンの脱水反応生成物490gを得た。

【0029】(二量体水素化物の調製)1リットルの四つ口フラスコに三フッ化ホウ素ジエチルエーテル錯体8

9

g) 及び上記で得たオレフィン化合物400gを入れ、メカニカルスターラーを用いて攪拌しながら、20℃で4時間二重化反応を行った。この反応混合物を希NaOH水溶液と飽和食塩水で洗浄した後、1リットルオートクレーブに水素化用ニッケル／ケイソウ土触媒（日揮化学（株）製、N-113）12gを加え、水素圧30kg/cm<sup>2</sup>G、反応温度250℃、反応時間6時間の条件で水素化反応を行った。反応終了後、濾過により触媒を除き、濾液を減圧で蒸留することにより、目的とする二重体水素化物240gを得た。この二重体水素化物の一般性状及びトラクション係数の測定結果を第1表に示す。

【0030】この二重体水素化物を、理論段数120段の回転バント式蒸留装置にて2回精密蒸留分離することにより、149.2℃/5mmHg成分（A成分）1gを得た。A成分を分析したところ、純度98重量%のexo-2-メチル-exo-3-メチル-endo-2-[(endo-3-メチルビシクロ[2.2.1]ヘプト-exo-2-イル)メチル]ビシクロ[2.2.1]ヘプタンであることがわかった。A成分の構造式は前記式(II)に示した通りである。この構造解析で使用した、マスキロマトグラム、<sup>1</sup>H-NMR、<sup>13</sup>C-NMR、<sup>13</sup>C-<sup>13</sup>C-NMR、<sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C-NMRの各スペクトログラムを図1～5に示す。

【0031】また、上記と同様に精密蒸留分離することにより、133.6℃/2mmHg成分（B成分）1gを得た。B成分を分析したところ、純度99重量%のendo-2-メチル-exo-3-メチル-exo-2-[(exo-3-メチルビシクロ[2.2.1]ヘプト-exo-2-イル)メチル]ビシクロ[2.2.1]ヘプタンであることがわかった。B成分の構造式は前記式(III)に示した通りである。この構造解析で使用した、マスキロマトグラム、<sup>1</sup>H-NMR、<sup>13</sup>C-NMR、<sup>13</sup>C-<sup>13</sup>C-NMR、<sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C-NMRの各スペクトログラムを図6～10に示す。なお、実施例1で調製した二重体水素化物をガスクロマトグラフィーで分析した結果、A成分20重量%、B成分60重量%を含有していた。

【0032】〔実施例2〕実施例1の精密蒸留で得られた、A成分65重量%、B成分25重量%含有する留分の一般性状及びトラクション係数の測定結果を第1表に示す。

〔実施例3〕実施例1において、水素化反応を、250℃・6時間で実施した代わりに200℃、2時間で実施したと以外は同様にして、目的とする二重体の水素化物240gを得た。この二重体水素化物を、理論段数120段の回転バント式蒸留装置にて2回精密蒸留分離することにより、前記のB成分1gを得た。

【0033】また、上記と同様に精密蒸留分離することにより、138.6℃/2mmHg成分（C成分）1g

(6)

特開2000-17280

10

を得た。C成分を分析したところ、純度100重量%のendo-2-メチル-exo-3-メチル-exo-2-[(endo-3-メチルビシクロ[2.2.1]ヘプト-endo-2-イル)メチル]ビシクロ[2.2.1]ヘプタンであることがわかった。C成分の構造式は前記式(IV)に示した通りである。この構造解析で使用した、マスキロマトグラム、<sup>1</sup>H-NMR、<sup>13</sup>C-NMR、<sup>13</sup>C-<sup>13</sup>C-NMR、<sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C-NMRの各スペクトログラムを図11～15に示す。なお、実施例3で調製した二重体水素化物をガスクロマトグラフィーで分析した結果、B成分45重量%、C成分45重量%を含有していた。

【0034】〔実施例4〕実施例3の精密蒸留で得られた、B成分88重量%、C成分10重量%を含有する留分の一般性状及びトラクション係数の測定結果を第1表に示す。

〔実施例5〕実施例1において、二重化反応の触媒を、三フッ化ホウ素ジエチルエーテル錯体8gの代わりに、四塩化スズ32gを用いたこと以外は同様にして、目的とする二重体の水素化物140gを得た。この二重体水素化物の一般性状及びトラクション係数の測定結果を第1表に示す。

【0035】〔実施例6〕実施例1において、二重化反応の触媒を、三フッ化ホウ素ジエチルエーテル錯体8gの代わりに、116%ポリリン酸20gを用いて50℃で反応させたこと以外は同様にして、目的とする二重体の水素化物280gを得た。この二重体水素化物の一般性状及びトラクション係数の測定結果を第1表に示す。

【0036】〔比較例1〕還流冷却器、攪拌装置及び温度計を備えた500ミリリットルの四つ口フラスコに、活性白土（水澤化学工業（株）製ガレオンアースNS）4g、ジエチレングリコールモノエチルエーテル10g及びα-メチルスチレン200gを入れ、反応温度105℃に加熱し、4時間攪拌した。反応終了後、生成液をガスクロマトグラフィーで分析して、転化率70%、目的物α-メチルスチレン環状二重体の選択率95%、副生成物α-メチルスチレン環状二重体の選択率1%、三量体等の高沸点物選択率4%であることがわかった。この反応物を実施例1と同様に水素化、減圧蒸留を行うことにより、99重量%純度のα-メチルスチレン環状二重体水素化物、すなわち2,4-ジシクロヘキシル-2-メチルペンタン125gを得た。この二重体水素化物の一般性状及びトラクション係数の測定結果を第1表に示す。

【0037】〔比較例2〕1リットルのステンレス製オートクレーブに、クロトンアルデヒド350.5g（5モル）及びジシクロペンタジエン198.3g（1.5モル）を仕込み、170℃で2時間攪拌して反応させた。反応溶液を室温まで冷却した後、5%ルテニウム-カーボン触媒（NEケムキャット（株）製）22gを加

(7)

特開2000-17280

11

え、水素圧70kg/cm<sup>2</sup>G、反応温度180℃で4時間水素化を行った。冷却後、触媒を濾別した後、濾液を減圧蒸留し、70℃/0.9mmHg留分242gを得た。この留分をマススペクトル、核磁気共鳴スペクトルで分析した結果、この留分は2-ヒドロキシメチル-3-メチルピシクロ〔2.2.1〕ヘプタンであることが確認された。次いで、外径20mm、長さ500mmの石英ガラス製流通式高圧反応管に、γ-アルミナ〔日化精工（株）製、ノートンアルミナSA-6273〕15gを入れ、反応温度270℃、重量空間速度（WHSV）1.07hr<sup>-1</sup>で脱水反応を行い、2-メチレン-3-メチルピシクロ〔2.2.1〕ヘプタン65重量%及び2,3-ジメチルピシクロ〔2.2.1〕ヘプト-2-エン28重量%を含有する2-ヒドロキシメチル-3-メチルピシクロ〔2.2.1〕ヘプタンの脱水反応生成物196gを得た。

【0038】（二置体水素化物の調製）500ミリリットルの四つ口フラスコに活性白土〔水澤化学（株）製ガレオンアースNS〕9.5g及び上記で得たオレフィン化合物190gを入れ、145℃で3時間維持して二置体水素化反応を行った。この反応混合物から活性白土を通過した後、1リットルオートクレープに水素化用ニッケル/ケイソウ土触媒〔日揮化学（株）製、N-113〕6gを加え、水素圧40kg/cm<sup>2</sup>G、反応温度160℃、反応時間4時間の条件で水素化反応を行った。反応終了後、濾過により触媒を除き、濾液を減圧で蒸留する\*

第1表-1

|                              | 実施例1   | 実施例2   | 実施例4    | 実施例5   |
|------------------------------|--------|--------|---------|--------|
| 動粘度（@40℃）mm <sup>2</sup> /s  | 16.97  | 17.76  | 21.83   | 18.01  |
| 動粘度（@100℃）mm <sup>2</sup> /s | 3.519  | 3.664  | 4.022   | 3.637  |
| 粘度指数                         | 74     | 83     | 73      | 73     |
| 凝結点℃                         | -55.0  | -55.0  | -50.0   | -52.5  |
| 低溫粘度（@-40℃）mPa・s             | 41.000 | 35.000 | 110.000 | 54.000 |
| 密度（@20℃）g/cm <sup>3</sup>    | 0.9596 | 0.9582 | 0.9643  | 0.9571 |
| トラクション係数（@140℃）              | 0.078  | 0.079  | 0.082   | 0.079  |
| 分子量                          | 210<   | 210<   | 210<    | 210<   |

【0041】

【表2】

12

\*ことにより、目的とする沸点126～128℃/0.2mmHg留分の二置体水素化物116gを得た。この二置体水素化物の一般性状及びトラクション係数の測定結果を第1表に示す。

【比較例3】比較例1で得られたα-メチルスチレン線状二置体水素化物に、低粘度のポリα-オレフィン油（出光PAO-5002）を15重量%混合した。この混合物の一般性状及びトラクション係数の測定結果を第1表に示す。

【0039】なお、上記の実施例及び比較例におけるトラクション係数の測定は、二円摩摺試験機にて行った。すなわち、接している同じサイズの円筒（直径52mm、厚さ6mmで被駆動側は曲率半径10mmのタイコ型、駆動側はクラウニングなしのフラット型）の一方を一定速度で、他方の回転速度を連続的に変化させ、両円筒の接触部分に鍾により98.0Nの荷重を与えて、両円筒間に発生する接線力、即ちトラクション力を測定し、トラクション係数を求めた。この円筒は軸受鋼SUJ-2鏡面仕上げでできており、平均周速6.8m/s、最大ヘルツ接触圧は1.23GPaであった。また、流体温度（油温）140℃でのトラクション係数を測定するにあたっては、油タンクをヒーターで加熱することにより、油温を40℃から140℃まで昇温させ、すべり率5%におけるトラクション係数を求めた。

【0040】

【表1】

(8)

特開2000-17286

13

14

第1表-2

|                                | 実施例6    | 比較例1    | 比較例2    | 比較例3    |
|--------------------------------|---------|---------|---------|---------|
| 動粘度 (@40℃) mm <sup>2</sup> /s  | 19.80   | 20.23   | 22.33   | 15.49   |
| 動粘度 (@100℃) mm <sup>2</sup> /s | 3.784   | 3.572   | 4.097   | 3.118   |
| 粘度指数                           | 62      | 13      | 52      | 29      |
| 流動点 ℃                          | -47.5   | -42.5   | -45.0   | -50.0   |
| 低溫粘度 (@-40℃) mPa·s             | 130,000 | 300,000 | 200,600 | 120,000 |
| 密度 (@20℃) g/cm <sup>3</sup>    | 0.9003  | 0.9009  | 0.9030  | 0.8938  |
| トラクション係数 (@140℃)               | 0.061   | 0.070   | 0.083   | 0.051   |
| 分子量                            | 210<    | 210<    | 210<    | 210<    |

【0042】

【発明の効果】本発明のトラクションドライブ用流体は、高温でのトラクション係数が高く、かつ低温粘度特性に優れており、寒冷地から高温地帯まで、全世界でトラクションドライブ式CVT油として利用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】：A成分のマスキロマトグラム  
 【図2】：A成分の<sup>1</sup>H-NMRスペクトログラム  
 【図3】：A成分の<sup>13</sup>C-NMRスペクトログラム  
 【図4】：A成分の<sup>13</sup>C-<sup>13</sup>C二次元NMRスペクトログラム  
 【図5】：A成分の<sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C二次元NMRスペクトログラム

\* 【図6】：B成分のマスキロマトグラム

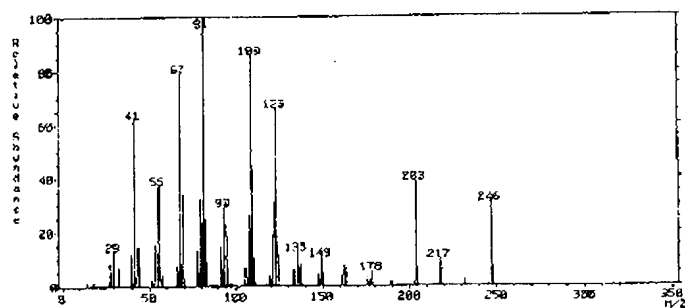
【図7】：B成分の<sup>1</sup>H-NMRスペクトログラム【図8】：B成分の<sup>13</sup>C-NMRスペクトログラム20 【図9】：B成分の<sup>13</sup>C-<sup>13</sup>C二次元NMRスペクトログラム【図10】：B成分の<sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C二次元NMRスペクトログラム

【図11】：C成分のマスキロマトグラム

【図12】：C成分の<sup>1</sup>H-NMRスペクトログラム【図13】：C成分の<sup>13</sup>C-NMRスペクトログラム【図14】：C成分の<sup>13</sup>C-<sup>13</sup>C二次元NMRスペクトログラム【図15】：C成分の<sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C二次元NMRスペクトログラム

\*30 ログラム

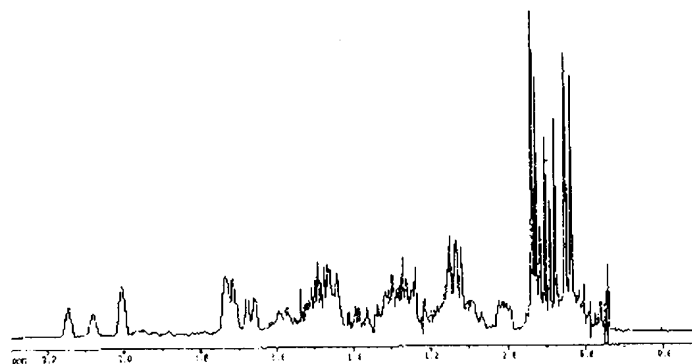
【図1】



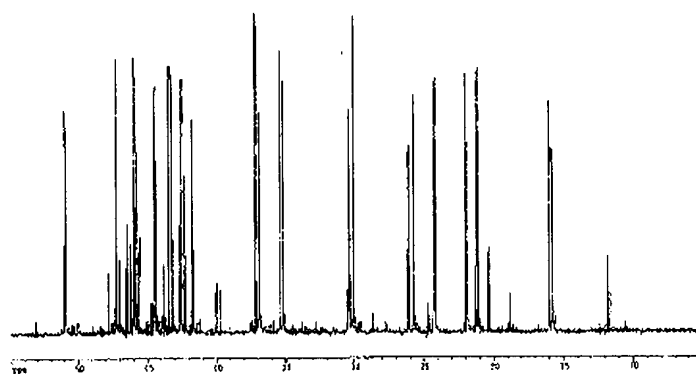
(9)

特開2000-17280

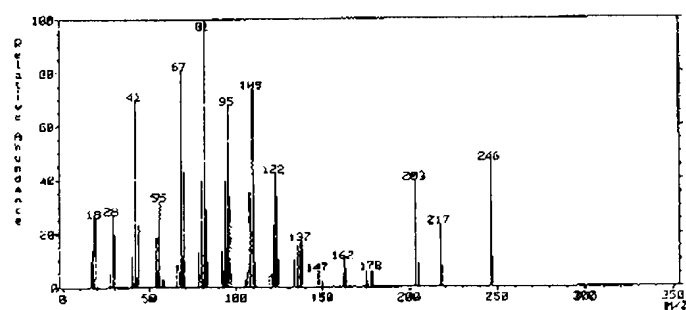
【図2】



【図3】



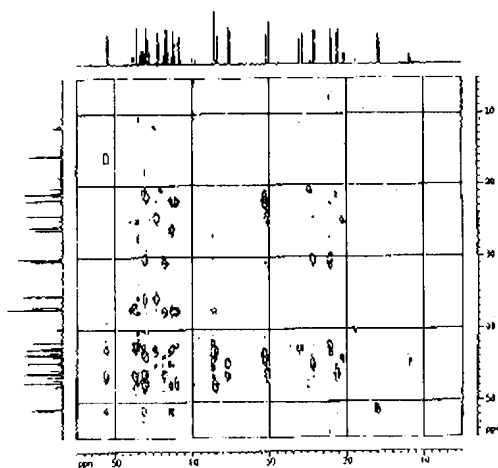
【図6】



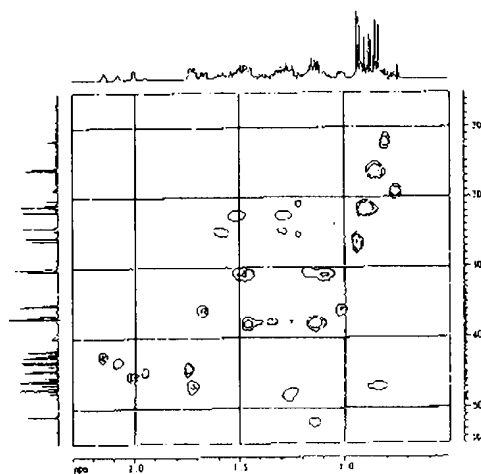
(10)

特開2000-17280

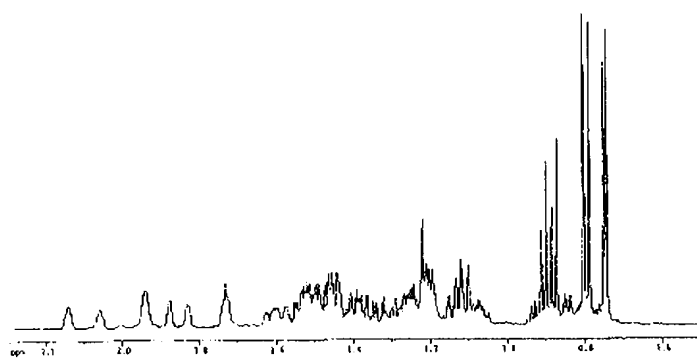
【図4】



【図5】



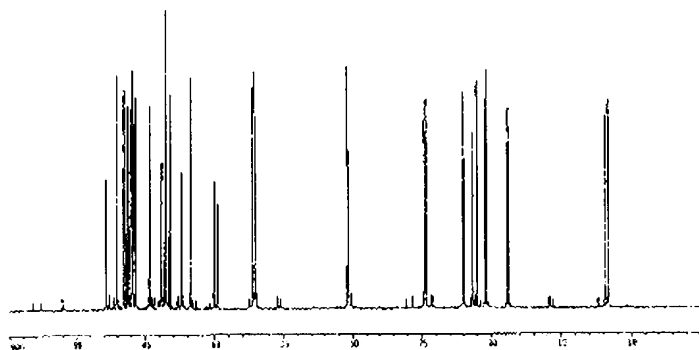
【図7】



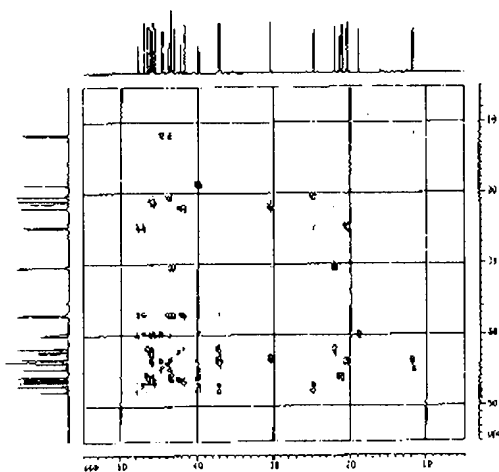
(11)

特開2000-17280

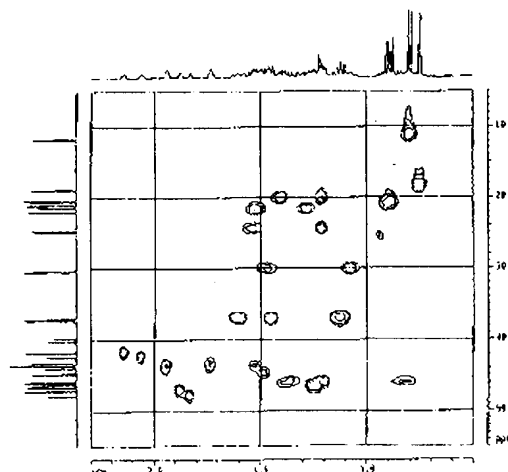
【図8】



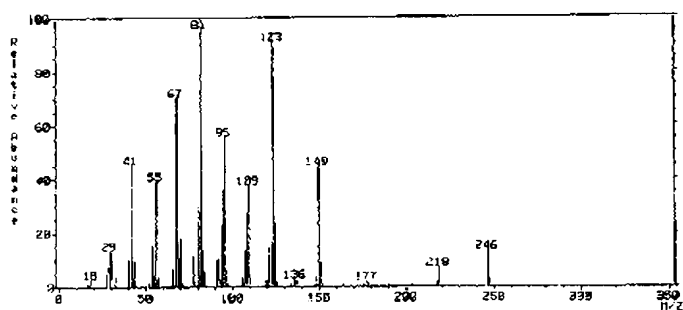
【図9】



【図10】



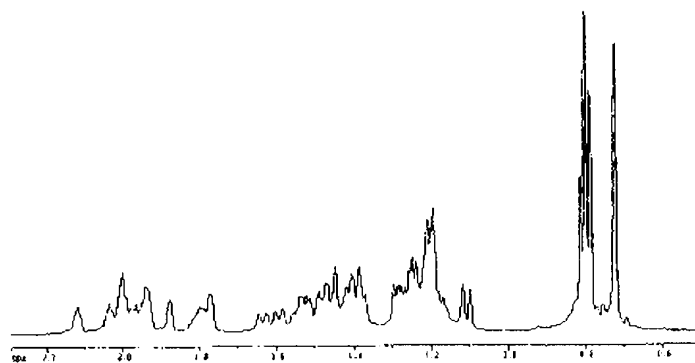
【図11】



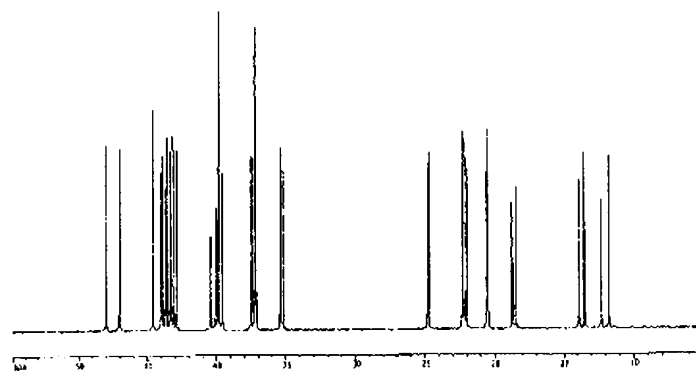
(12)

特開2000-17280

【図12】



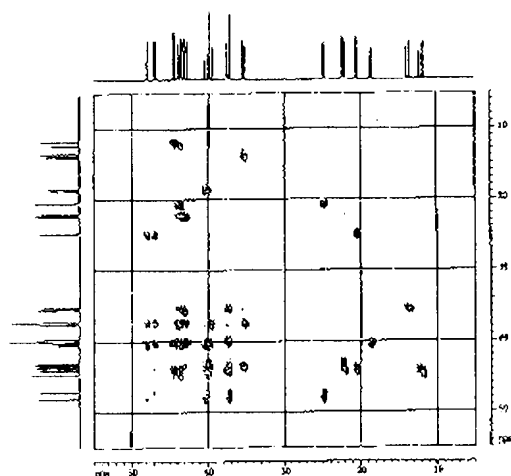
【図13】



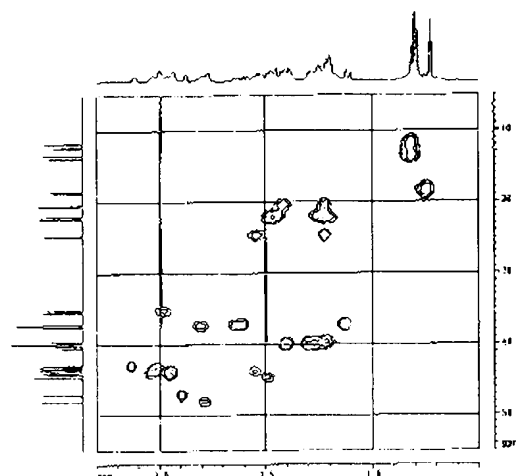
(13)

特開2000-17280

【図14】



【図15】




---

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

識別記号

F i

サーチワード(参考)

C I D N 20:04

40:04

F ターム(参考) 4H104 BA02A EA02A EA03A EA04A  
EA06A EA21A EA30A PA03